

麸炒对盘龙七中岩白菜素含量的影响

冯永辉 谭汗青

(西安医学院药学院,西安,710021)

摘要 目的:考察盘龙七麸炒前后岩白菜素的含量变化。方法:采用 HPLC 法测定盘龙七麸炒前后岩白菜素的含量,色谱柱:Ultisil™XB-C₁₈柱(150 mm×10 mm,5 μm);流动相为甲醇:水(32:68);流速1.0 mL/min;柱温为室温;检测波长275 nm。进样量:20 μL。结果:盘龙七麸炒前所测岩白菜素平均含量为16.82 mg/g;盘龙七麸炒后所测岩白菜素的平均含量为22.15 mg/g。结论:麸炒后盘龙七中岩白菜素的含量高于麸炒前的盘龙七,麸炒盘龙七可以提高其治疗效果。

关键词 麸炒;盘龙七;岩白菜素

Effects of Stir Fried Bran on Bergenin Content in Rhizoma Bergeniae Scopulosae

Feng Yonghui, Tan Hanqing

(School of Pharmaceutical Sciences, Xi'an Medical University, Xi'an 710021, China)

Abstract Objective: To study the content changes of bergenin in Rhizoma Bergeniae Scopulosae before and after stir-baking with bran. **Methods:** Bergenin content in Rhizoma Bergeniae Scopulosae was determined by HPLC. Chromatographic column: Ultisil™XB-C₁₈ column (150 mm×10 mm, 5 μm); moving phase: taking moving phase as carbinol to nater (32:68); flow velocity: taking flow velocity as 1.0 ml/min; column temperature: taking column temperature as room temperature; determine wavelength was 275nm; sample size was 20 μl. **Results:** Bergenin content in Rhizoma Bergeniae Scopulosae before stir-baking with bran was 16.82 mg/g, and after bran fried was 22.15 mg/g. **Conclusion:** Bergenin content in Rhizoma Bergeniae Scopulosae after stir-baking with bran is higher than before. So we can see that stir-baking with bran can increase therapeutic effect of Rhizoma Bergeniae Scopulosae.

Key Words Bran Fried; Rhizoma Bergeniae Scopulosae; Bergenin

中图分类号:R284 文献标识码:A doi:10.3969/j.issn.1673-7202.2014.10.031

盘龙七为虎耳草科植物秦岭岩白菜(*Bergenia scopulosa* T. P. Wang)的干燥根茎^[1],为陕西地区民间用药,主要分布于秦岭太白山、柞水、长安太平峪等地方,广泛用于脾胃病。其味甘、微涩。性平。归肺、脾、肝、膀胱经。功能补脾益胃,收涩固肠,除湿利水,活血,用于脘腹胀痛,水肿,崩漏,白带,淋症,痢疾,黄水疮,秃疮,疥癣^[2-4]。盘龙七主要有效成分为岩白菜素,岩白菜素具止咳作用,已有药品“岩白菜素”出售^[5-6]。岩白菜素口服无毒,对咳嗽中枢有选择性抑制,具有镇痛抗炎,提高免疫,抗氧化性的作用^[7-8]。笔者研究了不同采收期盘龙七中岩白菜素的含量变化^[9],确定出盘龙七最佳采收期,建立盘龙七中多糖的含量测定方法^[10],同时制定了盘龙七的质量标准,研究中笔者发现盘龙七传统炮制中采用麸炒法,但关于其麸炒机制尚不明确。查文献知,迄今为止,尚未有报道麸炒对盘龙七中有效成分岩白菜含量的相关报道,我们采用 HPLC 法分别测定麸炒盘龙七前后岩白菜素的含量^[11-13],来分析比较麸炒是否对岩白菜素的含量有影响,旨在考察盘龙七麸炒前后岩白菜素的含量变

化,进一步阐明麸炒盘龙七的机制。

1 仪器与试剂

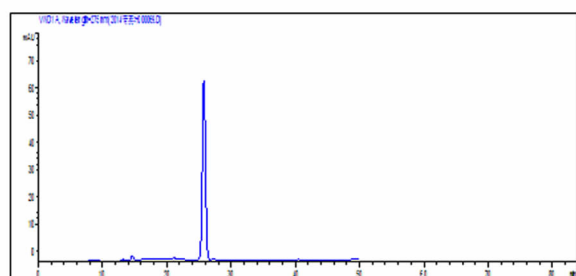
1.1 仪器 安捷伦高 1220 液相色谱仪,UV—170 紫外检测器;超声波仪器清洗仪(型号:KQ5200DE);十万分之一电子天平(Q/SYDLK005-2012);纯水制备仪(型号:Scienetool R300)。

1.2 试剂 岩白菜素对照品(批号:MUST-12030102 生产厂家:北京恒元启天技术研究院和京世纪奥科生物技术有限公司联合研制);盘龙七药材采自秦岭太白山,经陕西省食品药品监督管理局郭耀武主任药师鉴定为 *Bergenia scopulosa* T. P. Wang 的干燥根茎。甲醇(天津市科密欧化学试剂有限公司生产)为色谱纯,水为超纯水,提取盘龙七所用甲醇为分析纯。

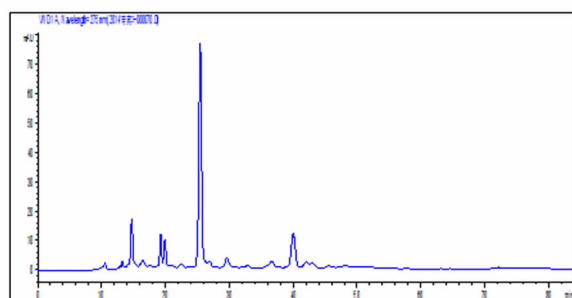
2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱:Ultisil™XB-C₁₈柱(150 mm×10 mm,5 μm);流动相为甲醇:水(32:68);流量1.0 mL/min;柱温为室温;检测波长275 nm。样品及对照品进样量20 μL,理论塔板数不低于4 500。在上述色谱条件下,对照品有较好的峰型;样品中岩白菜素和其

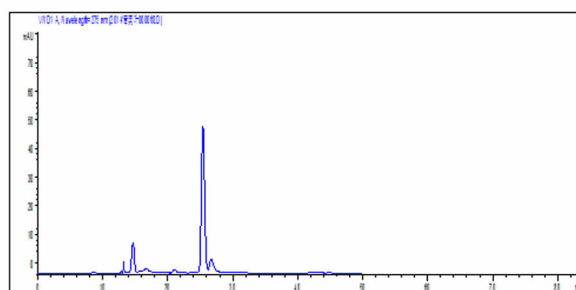
他杂质有较好的分离。见图 1。



A. 对照品色谱图



B. 生品盘龙七色谱图



C. 麸炒盘龙七色谱图

图 1 高效液相色谱图

2.2 溶液制备

2.2.1 对照品溶液制备 精密称取岩白菜素对照品 9.00 mg, 置 50 mL 容量瓶中, 加甲醇溶解并稀至刻度, 摇匀, 制成 0.18 mg/mL 的溶液, 作为岩白菜素的对照溶液。

2.2.2 供试品溶液制备

2.2.2.1 生品盘龙七供试品溶液制备 称取 7 g 盘龙七, 粉碎, 过 20 目筛。精密称定粉末 0.203 2 g, 以 4 倍的甲醇超声提取 30 min, 离心 (3 000 r/min), 取上清液, 容至 50 mL 容量瓶中, 作为供试品 1。

2.2.2.2 麸炒盘龙七供试品溶液制备 称取 7 g 盘龙七, 将铁锅预热, 均匀撒入麦麸, 待起烟, 将称量好的药材加入其中, 不断搅拌, 文火炒 10 min, 至药物表面呈黄色至深黄色, 出锅, 筛去麦麸, 放凉^[14]。粉碎, 过 20 目筛。精密称定麸炒药材粉末 0.205 2 g, 以 4 倍的甲醇超声提取 30 min^[15], 离心 (3 000 r/min), 取上清液,

容至 50 mL 容量瓶中, 作为供试品 2。

2.3 方法学考察

2.3.1 线性关系 精密量取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 mL 至 10 mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 摇匀, 即得。取上述对照品溶液 20 μ L 过 0.45 μ m 滤膜, 按上述色谱条件, 分别进样测定。以浓度为横坐标 (x), 峰面积为纵坐标 (y) 绘制标准曲线, 得岩白菜素回归方程 (图 2), 表明线性关系良好。

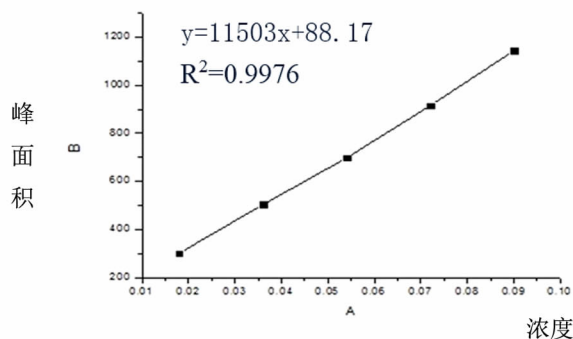


图 2 线性关系图

2.3.2 精密度试验 精密量取岩白菜素对照品溶液 20 μ L, 重复进样 5 次, 测得岩白菜素对照品峰面积的 RSD 为 1.6%, 表明精密度良好。

2.3.3 稳定性试验 精密量取麸炒秦岭岩白菜和生品秦岭岩白菜供试品溶液, 分别在 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 各进样 20 μ L, 分别测定 2 组供试品在不同时间段的峰面积的 RSD, 麸炒品的 RSD 为 0.17%, 生品的 RSD 为 0.13%, 结果表明, 样品在 24 h 内稳定性较好。

2.3.4 重复性试验 精密量取麸炒秦岭岩白菜和生品秦岭岩白菜按供试品溶液的制备方法制的溶液, 平行操作 5 次, 测得峰面积 RSD, 麸炒品的 RSD 为 0.18%, 生品的 RSD 为 0.12%, 结果表明, 具有良好的重复性。

2.3.5 加样回收率试验 精密量取以测的含量的上述以配好的麸炒秦岭岩白菜和生品秦岭岩白菜样品各 3 份, 分别加入对照品, 进行回收率试验。结果见表 1、表 2, 表明加样回收率良好。

2.4 结果 样品含量测定: 以色谱峰面积 (y) 对标准品溶液岩白菜素浓度 (x) 绘制标准曲线, 得回归方程为: $y = 11\,503x + 88.17$, $r = 0.998\,8$, 岩白菜素在 0.02 ~ 0.10 mg/mL 之间与吸光度值呈良好的线性关系。精密量取麸炒盘龙七和生品盘龙七供试品溶液, 各分 3 组, 分别进样 20 μ L, 经计算得, 麸炒盘龙七中岩白菜素的平均含量为 22.15 mg/g, 生品盘龙七中岩白菜素的平均含量为 16.82 mg/g。结果表明, 麸炒后盘龙七中岩白菜素的含量高于麸炒前的盘龙七。

表 1 麸炒盘龙七加样回收率试验 (n = 3)

样品号	投入量 /mg	回收量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	0.1028	98.9			
2	0.09	0.1031	99.2	99.2	0.125
3		0.1034	99.6		
4	0.1922	99.1			
5	0.18	0.1932	99.6	99.5	0.13
6		0.1935	99.8		
7		0.2833	99.7		
8	0.27	0.2822	99.4	99.7	0.065
9		0.2835	99.9		

表 2 生品盘龙七加样回收率试验 (n = 3)

样品号	投入量 /mg	回收量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1		0.1077	99.7		
2	0.09	0.1078	99.9	99.6	0.35
3		0.1071	99.1		
4	0.1975	99.5			
5	0.18	0.1961	99.0	99.3	0.11
6		0.1973	99.3		
7		0.2862	99.4		
8	0.27	0.2873	99.8	99.4	0.125
9		0.2857	99.1		

3 讨论

3.1 检测波长的选择 查阅文献,岩白菜素的检测波长在 275 nm 处有最大吸收峰^[16],经对岩白素在 UV200~400 nm 扫描,发现岩白菜素在 275 nm 处有最大吸收峰,故选择 275 nm 作为检测波长。

3.2 超声提取时间的选择 本实验分别考察了在超声 20、30、40、60 min 的提取率,结果在 20 min 提取率不完全,在 30、40、60 min 提取率所测值基本一致。故选择超声提取 30 min。

3.3 麸炒盘龙七后岩白菜素含量提高的原因分析 岩白菜素,沸点 236~238 ℃,从理论上讲麸炒不会影响岩白菜素的提取率,但实验结果表明麸炒盘龙七后岩白菜素含量提高,其原因可能是:1)麸炒后盘龙七药材水分含量降低,可能导致岩白菜素含量偏高;2)麸炒后可能破坏盘龙七细胞壁,从而使其多糖成分、挥发油等化学成分发生变化,从而可能改变岩白菜素的提取率,导致麸炒后所测盘龙七中岩白菜素含量偏高^[17]。关于传统炮制方法采用麸炒法炮制盘龙七的机制还有待于进一步深入研究。

4 结论

麸炒后盘龙七中岩白菜素的含量高于麸炒前的盘龙七,麸炒盘龙七可以提高其治疗效果。本文通过 HPLC 法对盘龙七麸炒前后岩白菜素的含量进行对比

测定,结果发现麸炒后盘龙七中岩白菜素的含量相对较高,因而麸炒盘龙七后可以提高其治疗效果。

盘龙七功能补脾益胃,收涩固肠,民间广泛使用于脾胃病。传统认为,麸炒能够缓和药性,能够增强药物健脾和中的功能^[18]。酚羟基化合物可以清除自由基,其主要机制是酚羟基与自由基反应形成稳定半酮式自由基结构终止自由基链式反应^[19]。盘龙七主要有效成分岩白菜素是多酚类化合物,含有较多的酚羟基化合物,因而具有独特的药理活性。麸炒盘龙七后提高了岩白菜素的含量即提高了多酚类化合物,因而提高了盘龙七清除自由基的效果,从而提高其治疗效果。

参考文献

[1] 中国科学院西北植物研究所. 秦岭植物志 1(2) [M]. 北京: 科学出版社,1974:433.

[2] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志 34(2) [M]. 北京: 科学出版社,1992:26-27.

[3] 中国医学科学院药物研究所. 中药志 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1977:444.

[4] 陕西省革命委员会卫生局、商业局. 陕西中草药 [M]. 北京: 科学出版社出版,1971:386-388.

[5] 林启寿. 中草药成分化学 [M]. 北京: 科学出版社,1997:294.

[6] 覃容贵, 龙庆德, 范菊娣, 等. 炮制对虎耳草中岩白菜素及其止咳抗炎作用的影响 [J]. 中成药, 2013, 35(5): 1027-1030.

[7] 黄丽萍, 吴素芬, 张甦, 等. 岩白菜素镇痛抗炎作用研究 [J]. 中药药理与临床, 2009, 25(3): 24-25.

[8] 吕修梅, 王军宪. 岩白菜属植物的研究进展 [J]. 中药材, 2003, 26(1): 58-60.

[9] 冯永辉, 边军昌, 张博, 等. 不同采收期盘龙七中岩白菜素的含量比较 [J]. 光谱实验室, 2013, 30(5): 2242-2245.

[10] 冯永辉, 曹东凯, 郭耀武. 蒽酮-硫酸比色法测定盘龙七中多糖的含量 [J]. 西北大学学报: 自然科学版, 2013, 43(6): 921-923.

[11] 纪兰菊. 西藏产两种岩白菜中岩白菜素的 HPLC 测定 [J]. 西北植物学报, 2005, 25(2): 397-399.

[12] 罗新建, 蔡光先, 杨永华, 等. 液相色谱法测定矮地茶超微片中岩白菜素的含量 [J]. 中国中医药科技, 2007, 14(3): 183-184.

[13] 罗定强, 张国跃, 李涛. HPLC 法测定七叶鬼灯檠不同部位岩白菜素的含量 [J]. 安徽医药, 2008, 12(12): 1153-1154.

[14] 蔡宝昌. 中药炮制学 [M]. 北京: 中国中医药出版社, 2008: 210.

[15] 高辉, 黎云祥, 权秋梅, 等. 药用植物中岩白菜素提取工艺的研究进展 [J]. 光谱实验室, 2013, 30(1): 93-97.

[16] 陈秀敏, 陈爱民, 陈华国. HPLC 测定双羊喉痹通颗粒剂中岩白菜素的含量 [J]. 贵阳中医学院学报, 2005, 27(3): 61-62.

[17] 刘佳鑫, 李古月, 才谦. 苍术麸炒后增量成分研究 [J]. 中国医药导报, 2014, 11(5): 105-108.

[18] 孟莉, 陈缤, 贾天柱. 中药麸炒古今研究概述 [J]. 中成药, 2006, 28(9): 1311-1313.

[19] 郝志云, 高云涛, 王雪梅. 岩白菜素体外抗氧化作用研究 [J]. 云南中医中药杂志, 2007, 28(8): 27-28, 64.